

菊芋花色苷提取工艺的优化

王 丰,明 哲

(吉林农业科技学院,吉林吉林 132101)

摘要:以菊芋花为原料,对菊芋花色苷的提取工艺进行初步研究。通过单因素试验和正交试验,确定了菊芋花色苷提取的最佳条件:75% 的乙醇溶液,按 1 g : 10 mL 的料液比,浸提温度 40 ℃,浸提时间 30 min,在此条件下提取 3 次,菊芋花色苷的浸提率为 98.80%。

关键词: 菊芋; 花色苷; 提取

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2013)06-0250-02

菊芋(*Helianthus tuberosus* Linn.)是菊科向日葵属多年生草本植物,俗称洋姜、鬼子姜。花味甘,微苦,性凉,有利水除湿、清热凉血、益胃和中的功能。从菊芋花中提取的色素是一种水溶性色素,主要成分为黄酮类化合物。研究表明,黄酮类化合物具有多种生物活性,可用于抗菌、消炎、抗突变、降压等,在抗氧化、抗癌、防癌等方面也有显著效果^[1-3]。本研究以菊芋花为试验材料,以乙醇溶液为提取剂,初步研究了超声波提取菊芋花色苷的工艺及稳定性,旨在为充分开发利用此植物资源奠定基础。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与设备

循环水多用真空泵;721 型紫外可见分光光度计(上海光谱仪器有限公司);电子恒温水浴锅。

1.2 材料与试剂

菊芋花:采于吉林农业科技学院校园内(室温下避光晾干),干燥后磨成粗粉,4 ℃冰箱保存备用。乙醇,甲醇,丙酮,乙醚,石油醚均为分析纯。

1.3 试验方法

在单因素试验基础上,选定乙醇浓度、提取时间、提取温度、料液比 4 个参数为影响因素,每个因素取 3 个水平,进行 L₉(3⁴) 正交试验,因素及水平见表 1。

表 1 菊芋花色苷提取因素及水平

水平	因素			
	A:乙醇浓度(%)	B:时间(min)	C:温度(℃)	D:料液比(g:mL)
1	70	20	30	1:5
2	75	30	40	1:10
3	80	40	50	1:20

2 结果与分析

2.1 乙醇浓度对花色苷提取率的影响

称取菊芋花粉末 1.00 g 6 份,分别置于三角烧瓶中,分别

加入浓度为 40%、50%、60%、70%、80%、90% 的乙醇溶液,料液比为 1 g : 20 mL,30 ℃ 水浴中超声波辅助提取 30 min,频率为 24 kHz,共 3 次,合并提取液,每处理重复 3 次。分别取提取液 1 mL 置于分光光度计 435 nm 波长下测定吸光度,研究乙醇浓度对菊芋花色苷提取效果的影响。结果如图 1 所示。

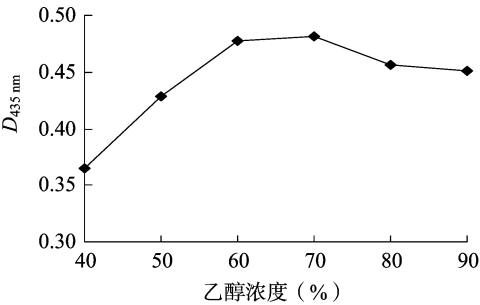


图1 乙醇浓度对花色苷提取率的影响

由图 1 可以看出,在 40% ~ 70% 范围内,提取液的吸光度随乙醇浓度的增加不断增大;当乙醇浓度为 70% 时,提取液的吸光度最高,此时提取效果最好;此后,随着乙醇浓度的增加,提取液的吸光度总体呈下降趋势,可能与乙醇中羟基和色素的某些基团的反应有关,实际原因有待进一步探讨。

2.2 提取时间对花色苷提取率的影响

称取菊芋花粉末 1.00 g 5 份,分别置于三角烧瓶中,加入 70% 乙醇,料液比为 1 g : 20 mL,30 ℃ 水浴中超声波辅助提取,频率为 24 kHz,提取时间分别为 10、20、30、40、50 min,共 3 次,合并提取液,每处理重复 3 次。分别取提取液 1 mL 置于分光光度计 435 nm 波长下测定吸光度,研究提取时间对菊芋花色苷提取效果的影响。结果如图 2 所示。

由图 2 可见,超声提取 30 min 时色素的提取效果最好。超声时间小于 30 min 时,随着提取时间的延长,吸光度呈逐渐增大的趋势。当提取时间超过 30 min 时,提取液的吸光度平缓下降,没有明显变化。超声时间为 50 min 时,吸光度下降到 0.478。其原因可能是由于超声波具有较强的机械剪切作用,长时间的作用会使色素分子的某些键断裂,从而破坏色素分子。考虑到随着时间的延长,菊芋花色苷会因逐渐氧化而分解,使其含量降低,所以超声辅助提取时间以 30 min 为宜。

收稿日期:2012-10-24

作者简介:王 丰(1973—),女,吉林永吉人,硕士,讲师,主要从事分析化学和天然产物提取研究。E-mail:jlnkxgc@126.com。

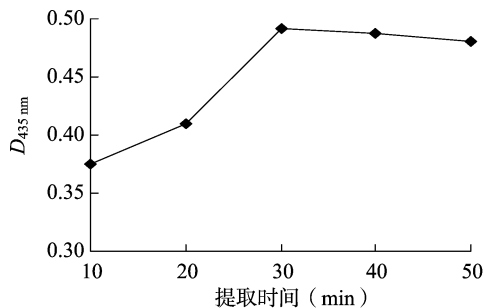


图2 提取时间对花色苷提取率的影响

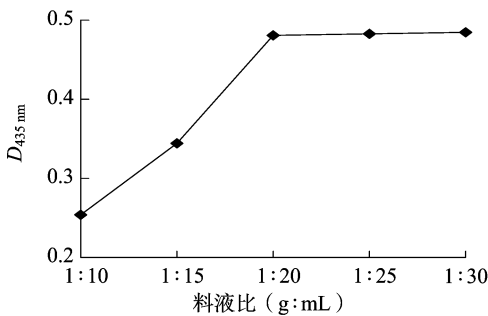


图4 料液比对花色苷提取率的影响

2.3 提取温度对花色苷提取率的影响

称取菊芋花粉末 1.00 g 5 份,分别置于三角烧瓶中,加入 70% 乙醇,料液比为 1 g : 20 mL,分别于 20、30、40、50、60 ℃ 水浴中超声波辅助提取 30 min,频率为 24 kHz,共 3 次,合并提取液,每处理重复 3 次。分别取提取液 1 mL 置于分光光度计 435 nm 波长下测定吸光度,研究提取温度对菊芋花色苷提取效果的影响,结果如图 3 所示。

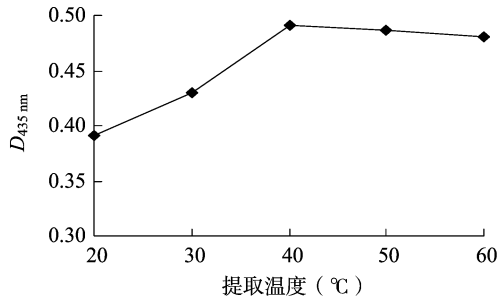


图3 提取温度对花色苷提取率的影响

由图 3 可以看出,温度对菊芋花色苷的提取效果没有显著影响。提取温度在 20 ~ 40 ℃ 范围内,提取液的吸光度随温度升高而增加,40 ℃ 时吸光度达到最高;当温度超过 40 ℃ 后,提取液的吸光度开始平缓下降。在超声条件下,菊芋花色苷在较低的提取温度下即可溶出,提取温度过高会破坏部分色素,而且温度越高,越容易变性,因此,提取温度以 40 ℃ 效果最好。

2.4 料液比对花色苷提取率的影响

称取菊芋花粉末 1.00 g 5 份,分别置于三角烧瓶中,加入 70% 乙醇,料液比 (g : mL) 分别为 1 : 10、1 : 15、1 : 20、1 : 25、1 : 30,40 ℃ 水浴中超声波辅助提取 30 min,频率为 24 kHz,共 3 次,合并提取液,每处理重复 3 次。在 35 ℃ 旋转蒸发仪中减压蒸馏,过滤,定容 5 mL。分别取提取液 1 mL 置于分光光度计 435 nm 波长下测定吸光度,研究料液比对菊芋花色苷提取效果的影响,结果如图 4 所示。

由图 4 可以看出,随着提取剂用量的增大,提取液的吸光度逐渐增加;当料液比达到 1 g : 20 mL 时开始平稳上升,且料液比为 1 g : 20 mL 和 1 g : 25 mL 时,提取液的吸光度几乎无差别。从实际生产角度考虑,料液比以 1 g : 20 mL 为宜。继续增大提取剂用量对提取效果影响不大,但会增加成本,也使提取液的浓缩工作负荷增加。

2.5 菊芋花色苷提取的正交试验

由于乙醇浓度、料液比、提取温度、提取时间对试验结果影响显著,故选择其为正交试验因素,结果见表 2。

表 2 菊芋花色苷提取工艺优化正交试验结果

试验号	因素水平				$D_{435\text{ nm}}$
	A:乙醇浓度	B:提取时间	C:提取温度	D:料液比	
1	1	1	1	2	0.483
2	1	2	2	1	0.489
3	1	3	3	3	0.470
4	2	1	3	1	0.488
5	2	2	1	3	0.488
6	2	3	2	2	0.483
7	3	1	2	3	0.476
8	3	2	3	2	0.486
9	3	3	1	1	0.473
k_1	0.481	0.482	0.481	0.483	
k_2	0.486	0.488	0.483	0.484	
k_3	0.478	0.475	0.481	0.478	
R	0.008	0.013	0.002	0.006	

由极差分析可知,4 种因素对菊芋花色苷提取效果影响大小依次为 B > A > D > C,即提取温度对菊芋花色苷提取效果影响最大,其次为乙醇浓度和料液比,提取时间影响最小。由此可确定最佳条件为 A₂B₂C₂D₂。按此条件做验证试验,得 $D_{435\text{ nm}}$ 为 0.491,优于表 2 中的各组合。

3 结论与讨论

对超声波辅助提取得到的菊芋花色苷进行可见光谱分析,确定菊芋花色苷液的最大吸收波长为 435 nm。菊芋花色苷易溶于水和醇等极性溶剂,不溶于乙酸乙酯等非极性溶剂,在乙醇溶液中溶解度最高。将单因素试验和正交试验结合对超声波辅助提取菊芋花色苷工艺条件进行优化,根据实际生产情况,得到最佳提取工艺为:75% 乙醇溶液为提取剂,提取时间为 30 min,提取温度为 40 ℃,料液比为 1 g : 20 mL。菊芋花色苷的吸光度随提取次数的增多而增大,但增大的效果不是很明显,而且随着提取次数的增加,菊芋花色苷的提取量逐渐减少,从节约溶剂和能源考虑,提取 3 次比较适宜。

参考文献:

[1]侯冬岩,回瑞华,刘晓媛,等. 洋葱皮中黄酮化合物的超声提取与光谱分析[J]. 食品科学,2006,27(9):172-174.
[2]潘国庆,段鹏善. 藏药兔耳草超声提取总黄酮的工艺研究[J]. 青海师范大学学报:自然科学版,2006(3):68-70.
[3]王文艳,彭增起,周光宏,等. 超声波法提取油菜花粉中黄酮工艺条件的研究[J]. 食品科技,2006,31(8):121-123.